

Helsinki 10.11.1999

REC'D 16 DEC 1999

ETUOIKEUSTODISTUS
PRIORITY DOCUMENT

WFO PCT

4 #7



Hakija
Applicant

1. Rajala, Markku
Helsinki
2. Eerola, Markus
Hyvinkää
3. Tikkanen, Juha
Tampere
4. Pitkänen, Ville
Tampere

09/806775

Patenttihakemus nro 982154
Patent application no

Tekemispäivä 05.10.1998
Filing date

Kansainvälinen luokka C23C
International class

Keksinnön nimitys
Title of invention

"Menetelmä ja laite materiaalin ruiskuttamiseksi"

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.


Pirjo Kaila
Tutkimussihteeri

Maksu 300,- mk
Fee 300,- FIM

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500 Telefax: 09 6939 5204
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500 Telefax: + 358 9 6939 5204
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

MENETELMÄ JA LAITE MATERIAALIN RUISKUTTAMISEKSI

Keksinnön kohteena on menetelmä materiaalin ruiskuttamiseksi, jossa menetelmässä muodostetaan liekki polttokaasun avulla, johdetaan liekkiin
5 ainakin kahta erilaista komponenttia siten, että komponentit yhdistyvät keskenään ja muodostavat ainakin kahdesta komponentista koostuvaa materiaalia.

Edelleen keksinnön kohteena on laite materiaalin ruiskuttamiseksi, jossa laitteessa on välineet polttokaasun johtamiseksi siten, että polttokaasu
~~muodostaa liekin ja välineet ainakin kahden erilaisen komponentin johtami-~~
10 seksi liekkiin siten, että komponentit yhdistyvät keskenään ja muodostavat ainakin kahdesta komponentista koostuvaa materiaalia, jotka liekin avulla saadaan ruiskutettua haluttuun kohteeseen.

On tunnettua ruiskuttaa kiinteää ainetta liekkiruiskutuslaitteistolla. Kyseisessä menetelmässä ruiskutettava aine syötetään liekkiruiskuun kiinteinä
15 hiukkasina, jotka liekkiruiskutuslaitteella ruiskutetaan haluttuun kohteeseen. Hiukkaskoon pienentyessä likaantuu ja tukkiintuu liekkiruiskutuslaitteisto kuitenkin helposti. Niinpä jo esimerkiksi alle 20 mikrometrin kokoisten hiukkasten ruiskuttaminen liekkiruiskutuslaitteistolla on hankalaa ja liekkiruiskutuslaitteisto tukkiintuu helposti ja on rakenteeltaan kallis. Edelleen ruiskutettava kiinteä on
20 liekkiruiskutuksen aikana useassa eri faasissa ollen osaksi höyryä osaksi sulaa ainetta ja osittain sulanutta ainetta ja aineen jäähtyessä lopputulos on epätasainen.

US-patentissa 3 883 336 on esitetty laitteisto, jossa liekkiruiskuun tuodaan piitetrakloridia sumuna kantokaasuna toimivan hapen avulla. Edelleen
25 kyseisessä julkaisussa on esitetty, että liekkiruiskun liekkiin suihkutetaan ulkopuolelta aerosolia lasin valmistamiseksi. Aerosolin tuottaminen vaatii kuitenkin monimutkaisen laitteiston ja edelleen aerosolin muodostaminen vaatii erityisesti nesteen viskositeetin olemista tietyissä rajoissa, mikä rajoittaa käytettäviä materiaaliyhdistelmiä. Edelleen menetelmällä tuotetut hiukkaset ovat varsin
30 suurikokoisia eli noin mikrometrin suuruusluokkaa.

FI-patentissa 98832 on esitetty menetelmä ja laite materiaalin ruiskuttamiseksi, jossa menetelmässä ruiskutettava nestemäinen aine johdetaan
polttokaasun avulla muodostettuun liekkiin ja pisaroitetaan kaasun avulla olennaisesti liekin läheisyydessä siten, että pisaroitus ja liekin muodostus ta-
35 pahtuvat samassa laitteessa. Kyseisellä menetelmällä saadaan nanometrinen suuruisia hiukkasia tuotettua yksinkertaisesti ja edullisesti. Ratkaisulla ei kui-

tenkaan pystytä tekemään useasta komponentista koostuvaa materiaalia, esimerkiksi monikomponenttilasia, jonka koostumus olisi hallittu.

Eräs sovellutus monikomponenttilasin tekemisestä on aktiivikuitujen tuotanto. Aktiivikuidun tuotannossa lasimateriaalia tulee seostaa harvinaisilla maametalleilla, esimerkiksi erbiумilla. Erbiумia ei ole saatavissa nesteenä, jonka höyrynpaine olisi riittävän alhainen siten, että aktiivikuituja voitaisiin tuottaa perinteisillä kuiduntuotantomenetelmillä ilman prosessin huomattavaa ja kallista modifiointia. Tämän vuoksi yleisesti käytetty menetelmä aktiivikuidun tuottamiseksi on valmistaa huokoinen, olennaisesti amorfisesta piidioksidista

10 koostuva preformi, joka upotetaan erbiумia sisältävään nesteeseen. Usean tunnin imeytymisen jälkeen preformi kuivataan ja sintrataan, jolloin saadaan aikaan seostettu kuitupreformi. Menetelmän heikkoutena on aikaan saatavan seostusmäärän epämääräisyys ja aineen klusteroituminen, joka heikentää saatavan lopputuotteen ominaisuuksia. Edelleen aktiivikuitua voidaan valmis-
15 taa aerosoliprosessilla, missä erbiumpitoista aerosolia tuotetaan ultraäänimenetelmällä. Erikseen ultraäänimenetelmällä tuotetut aerosolit johdetaan termiseen reaktoriin, jossa ne reagoivat muodostaen monikomponenttilasia. Tämän menetelmän heikkoutena on sen monimutkaisuus, seostuksen hankaluus ja aikaansaatavien hiukkasten suuri koko, eli hiukkaset ovat noin mikrometrin
20 suuruusluokkaa.

Tämän keksinnön tarkoituksena on saada aikaan menetelmä ja laitteisto, joissa edellä mainittuja epäkohtia pystytään välttämään.

Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista se, että ensimmäinen komponentti johdetaan liekkiin kaasumaisessa tai höyrymäisessä muodossa ja toinen komponentti johdetaan liekkiin nestemäisessä muodossa ja pisaroitetaan jonkin kaasun avulla olennaisesti liekin läheisyydessä ja että sekä ensimmäinen komponentti että toinen komponentti syötetään liekkiin samalla laitteella polttokaasun kanssa.

Edelleen keksinnön mukaiselle laitteelle on tunnusomaista se, että
30 laitteessa on kaasuputki ensimmäisen komponentin johtamiseksi liekkiin kaasumaisessa tai höyrymäisessä muodossa, nesteputki toisen komponentin johtamiseksi liekkiin nestemäisessä muodossa ja kaasuputki pirskotuskaasun johtamiseksi nesteputken läheisyyteen nestemäisen komponentin pisaroittamiseksi olennaisesti liekin läheisyydessä, jolloin sekä ensimmäinen kompo-
35 nentti että toinen komponentti on sovitettu syötettäväksi liekkiin samalla laitteella polttokaasun kanssa.

Keksinnön olennainen ajatus on, että liekkiin johdetaan ainakin kahta eri komponenttia ja että ensimmäinen komponentti johdetaan liekkiin kaasuna tai höyrynä ja toinen komponentti johdetaan liekkiin nestemäisessä muodossa ja pisaroitetaan kaasun avulla olennaisesti liekin läheisyydessä ja että ensimmäinen ja toinen komponentti syötetään liekkiin yhdessä polttokaasun kanssa samalla laitteella. Tällöin nestemäisestä komponentista ja kaasumaisesta komponentista muodostetaan suuruusluokaltaan nanometrin suuruisia hiukkasia ja saadaan aikaan näiden keskinäinen reaktio siten, että muodostuu esimerkiksi homogeenisia monikomponenttilasihiukkasia. Aikaansaadut hiukkaset

10 voidaan edelleen ohjata liekin avulla eri materiaalien pinnalle tai kerätä erillisinä hiukkasina sopivalla laitteistolla esimerkiksi aktiivikuidun valmistamiseksi.

Keksinnön etuna on, että pystytään erittäin yksinkertaisesti ja edullisesti tuottamaan erittäin pieniä ja homogeenisia ainakin kahdesta komponentista koostuvia hiukkasia, kuten monikomponenttilasihiukkasia.

15 Keksintöä selitetään tarkemmin oheisessa piirustuksessa, jossa kuvio 1 esittää kaavamaisesti keksinnön mukaista liekkiruiskutuslaitteiston kokonaisuutta sivustapäin katsottuna ja

kuvio 2 esittää kaavamaisesti kuvion 1 mukaisen laitteen suutinosaa edestäpäin katsottuna.

20 Kuviossa 1 on esitetty keksinnön mukainen liekkiruiskutuslaitteisto. Liekkiruiskulla 1 muodostetaan liekki 9 ruiskutettavan aineen ruiskuttamiseksi. Liekkiruiskuun 1 tuodaan tarvittavat kaasut kaasukanavia 2, 3, 4 ja 5 pitkin. Kaasukanavia 2 - 5 pitkin tuodaan liekin muodostavat polttokaasut, ruiskutettavan nesteen pirstotuskaasu, muodostettavan, ainakin kahdesta komponentista koostuvan materiaalin, kuten monikomponenttilasin, eräs komponentti kaasutai höyrymuodossa ja mahdollinen reaktion hallintaa varten tuotettava kaasut. Kaasukanavia 2 - 5 on luonnollisesti tarpeellinen määrä sen mukaan kuinka monta kaasua liekkiruiskuun 1 on tarpeen syöttää. Muodostettavan monikomponenttilasin toinen komponentti syötetään nestemäisessä muodossa liekkiruiskuun 1 nestekanavaa 6 pitkin. Neste siirretään nestekanavaa 6 pitkin pumppaamalla sitä esimerkiksi ruiskupumpulla 7. Nesteen siirtyminen nestekanavaa 6 pitkin voidaan toteuttaa myös esimerkiksi syöttämällä neste painesäiliöstä tai jollain muulla sinänsä tunnetulla tavalla.

35 Liekkiruiskun 1 kuviossa 1 katsottuna oikeassa päädyssä on suutin 8, jossa polttokaasut sytytetään liekin aikaansaamiseksi ja jossa neste pisaroitetaan pirstotuskaasun avulla, jolloin pirstotus tapahtuu olennaisesti liekin 9

läheisyydessä. Tällöin nestemäinen komponentti saadaan pisaroitettua erittäin pieniksi suuruusluokaltaan noin nanometrin suuruiseksi hiukkasiksi. Samoin kaasumaisesta tai höyrymäisestä komponentista saadaan muodostettua yhtä pieniä hiukkasia. Kummatkin komponentit syötetään liekkiin yhdessä poltto-
 5 kaasun kanssa samalla laitteella. Edullisimmin polttokaasun syöttö, ensimmäisen komponentin syöttö ja toisen komponentin syöttö liekkiin toteutetaan yhdellä ja samalla laitteella eli yhteisen suuttimen 8 kautta, kuten kuviossa 1 on esitetty. Tällöin ruiskutettavien monikomponenttilasihiukkasten kohdistaminen kohteeseen 10 on erittäin helppoa. Ensimmäisen ja toisen komponentin hiuk-

10 kaset reagoivat keskenään muodostaen homogeenisia monikomponenttilasihiukkasia. Monikomponenttilasihiukkaset voidaan edelleen ohjata liekin 9 avulla eri materiaalien pinnalle tai kerätä erillisinä hiukkasina sopivalla laitteistolla.

Monikomponenttilasin nestemäinen komponentti tuodaan liekkiruiskun 15 kuun 1 nestekanavaa 6 pitkin. Nestekanavasta 6 neste siirtyy liekkiruiskun 1 keskellä olevaan nesteputkeen 6a. Ensimmäistä kaasukanavaa 2 pitkin johdetaan nesteen pirsrottava kaasu nesteputken ympärillä olevaan ensimmäiseen kaasuputkeen 2a. Toista kaasukanavaa 3 pitkin johdetaan toinen kaasu ensimmäisen kaasuputken 2a ympärillä olevaan toiseen kaasuputkeen 3a.
 20 Edelleen kolmatta kaasukanavaa 4 pitkin johdetaan kolmas kaasu toisen kaasuputken 3a ympärillä olevaan kolmanteen kaasuputkeen 4a ja neljättä kaasukanavaa 5 pitkin johdetaan neljäs kaasu kolmannen kaasuputken 4a ympärillä olevaan neljänteen kaasuputkeen 5a. Nesteputki 6a ja ensimmäinen, toinen, kolmas ja neljäs kaasuputki 2a, 3a, 4a, ja 5a ovat siis koaksiaalisia sisä-
 25 käisiä putkia. Suuttimessa 8 ensimmäisestä kaasuputkesta 2a tuleva kaasu pisaroittaa nesteputkea 6a pitkin tulevan nesteen pisaroiksi.

Muodostettavan monikomponenttilasin nestemäinen komponentti voi olla sopiva halutun ionin vesi- tai alkoholiliuos. Esimerkiksi aktiivikuitua eli valo-
 30 loa vahvistavaa kuitua tuotettaessa voidaan käyttää liuosta, jossa on erbiumnitraattia, vettä tai alkoholia ja jotain alumiinin muotoa, joka liukenee veteen tai alkoholiin. Toista kaasukanavaa 2 pitkin voidaan syöttää esimerkiksi vetyä, joka pisaroittaa nesteen suuttimessa 8. Toista kaasukanavaa 3 pitkin voidaan syöttää pii- tai germaniumtetrakloridia kaasumaisessa tai höyrymäisessä muo-
 35 dossa ja kolmatta kaasukanavaa 4 pitkin happea. Suuttimen 8 jälkeen vety ja happi reagoivat muodostaen liekin 9. Liekin reaktiomuodostuksen tarkka prosessi on epäselvä, mutta käytännössä voidaan olettaa, että pii- tai germa-

niiumtetrakloridi reagoi muodostaen erittäin pieniä piidioksidi- tai germaniumdi-
 oksidihiukkasia ja nestemäiset hiukkaset reagoivat muodostaen erbiium- ja
 alumiinioksidia. Muodostuneet hiukkaset reagoivat joko samanaikaisesti tai
 erillisesti edellä mainittujen reaktioiden kanssa ja yhtyvät keskenään muodos-
 taen homogeenista monikomponenttilasia. Syntyneet monikomponenttilasihiuk-
 kaset ohjataan liekin 9 avulla kohteen 10 pinnalle, joka aktiivikuitua valmistet-
 taessa on tuurna, jolloin monikomponenttilasihiukkaset muodostavat tuurnan
 pinnalle huokoisen lasipinnan. Tuurnan pinnalle voidaan kasvattaa useita eri
 lasikerroksia, joiden materiaalikoostumusta voidaan haluttaessa yksinkertai-
 sesti muuttaa. Kasvatuksen jälkeen tuurna voidaan poistaa ja muodostunut
 preformi sintrataan normaalista optisen kuidun valmistusprosessista sinänsä
 tunnetulla tavalla.

Neljäs kaasukanava 5 ja vastaavasti neljäs kaasuputki 5a eivät ole
 välttämättömiä. Niitä voidaan kuitenkin haluttaessa käyttää reaktion hallinnan
 parantamiseksi esimerkiksi syöttämällä neljättä kaasukanavaa 5 ja edelleen
 neljättä kaasuputkea 5a pitkin esimerkiksi argonia tai jotain muuta sopivaa
 suojakaasua, jolloin suojakaasu estää ulkopuolisen hapen vaikutuksen reakti-
 oon.

On huomattavaa, että kuviossa 1 on liekkiruiskun 1 rakenne esitetty
 selvyyden vuoksi todellista tilannetta suuremmassa mittakaavassa. Tehokkaan
 pisaroitumisen aikaansaamiseksi kannattaa esimerkiksi pirskotuskaasun no-
 peus saada mahdollisimman suureksi. Näin ollen suuttimen 8 reiät kannattaa
 tehdä riittävän pieniksi. Edelleen nesteputken 6a ja ensimmäisen kaasuputken
 2a rakennetta voidaan kuvata siten, että kyseiset putket ovat rakenteeltaan
 kaksi onttoa sisäkkäin asetettua neulaa.

Kuviossa 2 on esitetty suutin 8 edestäpäin katsottuna. Kuviossa 2
 näkyy suuttimen 8 keskeltä tulevan nesteputken 6a päädyssä oleva reikä. Sen
 ympärillä näkyy ensimmäisen kaasuputken 2a reikä. Toista kaasuputkea 3a
 pitkin tuleva kaasu on esitetty johdettavaksi suuttimen 8 läpi aukkojen 11
 kautta. Vastaavasti kolmatta kaasuputkea 4a pitkin tuleva kaasu johdetaan
 suuttimen 8 läpi aukkojen 12 kautta ja neljättä kaasuputkea 5a pitkin tuleva
 kaasu johdetaan suuttimen 8 läpi aukkojen 13 kautta. Suuttimen 8 reikien ja
 aukkojen koko ja geometria voi vaihdella halutulla tavalla, mutta olennaista on,
 että suuttimessa 8 nesteen ja pirskotuskaasun nopeus saadaan halutunlaisek-
 si siten, että neste saadaan pisaroitettua riittävän pieneksi, jolloin saadaan ai-
 kaan riittävän pieniä hiukkasia ja että toisaalta liekin 9 muodostavien kaasujen

nopeus on riittävä.

Piirustus ja siihen liittyvä selitys on tarkoitettu vain havainnollistamaan keksinnön ajatusta. Yksityiskohdiltaan keksintö voi vaihdella patenttivaatimusten puitteissa. Niinpä nesteputken ja kaasuputkien sijainti ja järjestys voi vaihdella halutulla tavalla. Edelleen polttokaasu voi muodostua edellä esitetyllä tavalla kahdesta tai useammasta, erillistä kaasuputkea pitkin suuttimelle syötettävästä, kaasusta tai sitten polttokaasuna voidaan käyttää suuttimelle yhtä kaasuputkea pitkin syötettävää kaasua tai kaasuseosta, kuten hapen ja asetyleenin seosta.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä materiaalin ruiskuttamiseksi, jossa menetelmässä muodostetaan liekki (9) polttokaasun avulla, johdetaan liekkiin (9) ainakin
5 kahta erilaista komponenttia siten, että komponentit yhdistyvät keskenään ja muodostavat ainakin kahdesta komponentista koostuvaa materiaalia, t u n - n e t t u siitä, että ensimmäinen komponentti johdetaan liekkiin (9) kaasumaisessa tai höyrymäisessä muodossa ja toinen komponentti johdetaan liekkiin
~~(9) nestemäisessä muodossa ja pisaroitetaan jonkin kaasun avulla olennai-~~
10 sesti liekin (9) läheisyydessä ja että sekä ensimmäinen komponentti että toinen komponentti syötetään liekkiin (9) samalla laitteella polttokaasun kanssa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ensimmäinen komponentti, toinen komponentti ja polttokaasu syötetään liekkiin (9) samalla laitteella.

15 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ensimmäinen komponentti, toinen komponentti ja polttokaasu syötetään liekkiin (9) koaksiaalisesti.

4. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n - n e t t u siitä, että ensimmäinen komponentti on pii- tai germaniumtetrakloridia
20 ja toinen komponentti on liuosta, joka sisältää erbiumnitraattia, vettä tai alkoholia ja veteen tai alkoholiin liukenevaa alumiinin muotoa siten, että saadaan muodostettua monikomponenttilasihiukkasia aktiivikuidun valmistamiseksi.

5. Laite materiaalin ruiskuttamiseksi, jossa laitteessa on välineet polttokaasun johtamiseksi siten, että polttokaasu muodostaa liekin (9) ja väli-
25 neet ainakin kahden erilaisen komponentin johtamiseksi liekkiin (9) siten, että komponentit yhdistyvät keskenään ja muodostavat ainakin kahdesta komponentista koostuvaa materiaalia, jotka liekin (9) avulla saadaan ruiskutettua haluttuun kohteeseen, t u n n e t t u siitä, että laitteessa on kaasuputki (3a) ensimmäisen komponentin johtamiseksi liekkiin (9) kaasumaisessa tai höyry-
30 mäisessä muodossa, nesteputki (6a) toisen komponentin johtamiseksi liekkiin (9) nestemäisessä muodossa ja kaasuputki (2a) pirskotuskaasun johtamiseksi nesteputken läheisyyteen nestemäisen komponentin pisaroittamiseksi olennaisesti liekin (9) läheisyydessä, jolloin sekä ensimmäinen komponentti että
35 toinen komponentti on sovitettu syötettäväksi liekkiin (9) samalla laitteella polttokaasun kanssa.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että

laitteessa on suutin (8) ja että laitteessa on välineet ensimmäisen komponentin, toisen komponentin ja polttokaasun syöttämiseksi liekkiin (9) yhteisen suuttimen (8) kautta.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että vä-
- 5 lineet ensimmäisen komponentin, toisen komponentin ja polttokaasun syöttämiseksi liekkiin (9) on sovitettu koaksiaalisesti.
-
-

(57) Tiivistelmä

Keksinnön kohteena on menetelmä ja laite materiaalin ruiskuttamiseksi, jolloin ainakin kahta erilaista komponenttia johdetaan polttokaasun avulla muodostettuun liekkiin (9) siten, että komponentit reagoivat keskenään muodostaen monikomponenttilasihiukkasia. Liekin (9) avulla monikomponenttilasihiukkaset ruiskutetaan haluttuun kohteeseen. Ensimmäinen komponentti johdetaan liekkiin kaasuna tai höyrynä ja toinen komponentti johdetaan liekkiin nestemäisessä muodossa ja pisaroitetaan kaasun avulla olennaisesti liekin läheisyydessä. Ensimmäinen ja toinen komponentti syötetään liekkiin (9) yhdessä polttokaasun kanssa samalla laitteella, jolloin nestemäisestä komponentista ja kaasumaisesta komponentista muodostetaan suuruusluokaltaan nanometrin suuruisia hiukkasia ja saadaan aikaan näiden keskinäinen reaktio siten, että muodostuu homogeenisia monikomponenttilasihiukkasia.

(kuvio

